# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

63-057772

(43) Date of publication of application: 12.03.1988

(51)Int.Cl.

C23C 16/32 H01L 21/205 H01L 33/00 H05B 33/10 H05B 33/14

(21)Application number : 61-199641

(71)Applicant: MATSUSHITA ELECTRIC IND CO

LTD

(22)Date of filing:

26.08.1986

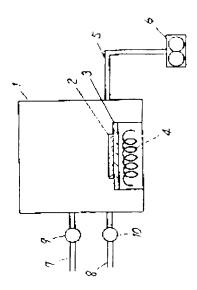
(72)Inventor: YAMAZOE HIROSHI

**FUJITA SHINGO** KIKUCHI ISAKO OOTA ISAO

(54) PREPARATION OF SILICON CARBIDE FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To form an SiC film having various excellent characteristics on a substrate surface by repeating many times a stage for alternately introducing a C-contg. gaseous compd. and Si-contg. gaseous compd. into a vacuum vessel in which the substrate heated to a specific temp, is put. CONSTITUTION: The substrate 2 consisting of a quartz plate, etc., is placed on a susceptor 3 for supporting in a reaction chamber 1 and is heated to 500W900° C by a heater 4. The inside of the reaction chamber 1 is simultaneously evacuated by a pump 6 to about 10-4Torr vacuum and in succession thereof, the C-contg. gaseous compd. which is carbohydrate such as CH4, C2H6 or C3H8 or CClH3 or CCl2H2 contg. C and Cl is introduced for one second from a pipe 8 through a solenoid valve 10 into the chamber. After the solenoid valve 10 is closed, the gaseous compd. contg. Si and CI such as SiCIH3 or SiCI2H2 is introduced for one second from a pipe 7 through a



solenoid valve 9 into the chamber. The SiC film as a light emitting element material or as a material for high-temp, transistors and diodes is formed on the substrate 2 at a relatively low temp. by repeating such operation many times.

LEGAL STATUS

# ⑩ 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

# ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A)

昭63-57772

⑤Int,Cl,⁴	識別記憶	<b>广内整理番号</b>		毯公開	昭和63年(	1988) 3	月12日
C 23 C 1 H 01 L 2	6/32 1/205	6554-4K 7739-5F					
	3/00 3/10	A-6819-5F 6744-3K					
3	3/14	6744-3K	審査請求	未請求	発明の数	1 (全	(4頁)

②特 顧 昭61-199641

②出 願 昭61(1986)8月26日

79発 明 渚 炁 司 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器產業株式会社内 博 砂発 明 者 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器產業株式会社内 蘖 H 晋 푬 ぴ発 眀 者 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器產業株式会社内 菊池 伊佐子 砂発 明 者 太  $\blacksquare$ 勲 夫 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器產業株式会社内 ①出 頭 人 松下電器産業株式会社 大阪府門真市大字門真1006番地 勿代 理 人 弁理士 中尾 敏男 外1名

明 細 割

#### 1. 発明の名称

炭化硅素膜の製法

### 2. 特許請求の範囲

(i) 所定温度以下に保った基板を、順次、炭素 (C) を含む気体状化合物に晒し、前記基板の近 傍の気体を排気し、前記基板を硅素 (Si) を含む気体状化合物に晒し、さらに前記基板の近傍の 気体を排気するという過程を複数回繰り返すこと を特徴とする炭化硅素 <del>(SiC)</del> 腰の製法。

② 炭素(C)を含む気体状化合物が炭化水素であり、硅素(Si)を含む気体状化合物が塩素(Cl)をも含むものであることを特徴とする特許状の範囲第(1)項記載の炭化硅素 <del>(SiG)</del> 膜の製造。

(3) 炭素(C)を含む気体状化合物が塩素(C))を含むものであり、硅素(S))を含む気体状化合物が水素化硅素であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項または第(2)項のいずれかに記載の炭化硅素(S)で)膜の製法。

#### 3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は電場発光素子、特に責色や紫外線発光が期待出来る発光素子の材料として、また、高温用トランジスターやダイオードのための材料として、さらにはスピーカーの振動板等、構造材として優れた性質を有する炭化硅素(SiC)膜の製法に関するものである。

## 従来の技術

比較的良質の炭化硅素 (SiC) 膜は、1300で~1800で程度の高温に保った基板上に化学医者(CVD) 法によって形成される(日本学術振興会課膜第 131委員会編「薄膜ハンドブック」、pp 211)。

#### 発明が解決しようとする問題点

比較的良質の炭化硅素(SiC)脱は、1300で~1800で程度の高温に基板を保つ必要があり、このことから基板の選択に大きな制限が加わり、かつ、生産性も著しく低下している。

更に、基板を高温に保つことから、基板支持用

サセプター等からの不範物の混入を避け難くし、 また、股形成の再現性の維持を困難とする。

炭化硅素(SiC)膜の化学蒸着(CVD)法による製膜においては、膜のストイキオメトリーを保つための複数の原料気体の制御が非常に微砂となる。

#### 問題点を解決するための手段

本発明は前述のような問題点を解決するために、 所定温度以下に保った基板を、順次、炭素(C) を含む気体状化合物に晒し、前記基板の近傍の気体 を排気し、前記基板を硅素(Si)を含む気体 状化合物に晒し、さらに前記基板の近傍の気体を 排気するという過程を複数回繰り返すことを特徴 とする炭化硅素(SiC)膜の製法を提供するも のである。

さらに望ましい製法として、炭素 (C) を含む 気体状化合物が炭化水素であり、硅素 (Si) を 含む気体状化合物が塩素 (CI) をも含むもので あることを特徴とするような前述の炭化硅素

(SiC)膜の製法、あるいは、炭素 (C)を含

む気体状化合物が塩漆 (CI) を含むものであり、 硅素 (SI) を含む気体状化合物が水器化粧素で あることを特徴とするような前述の炭化粧素

(SiC) 腔の製法を提供するものである。

前述の所定温度とは、原理的には、或る気体に基板が晒されたとき、基板の表層分子への前記気体の分子の吸着が生起し、かつ、基板と流での前記気体の分子の熱分解が含敵には生起しないような基板の温度を言う。なお、腺の連続的な形成とつぎに到来する異種の気体分子が、前述の吸着された分子に吸着され、反応することによりなされる。すなわち、炭化硅素(5 ~ こ)膜の形成は、分子一層毎に形成される。また、実際には前記所定温度は、実験で決められる。

前記炭化水素とは、例えば、メクン、エクン、プロパン、ペンタン、エテン、プロペン、ペンテンやペンゼン等をさす。前記証券 (Oi) を含み、かつ、塩素 (Cl) をも含む気体状化合物とは、モノ・クロン・シラン (SiCliHi) 、トリ・クロル・シラン (SiCliHi) 、トリ・クロ

ル・シラン (SiCl, H)、塩化シラン (SiCl, )等をさす。前記炭素 (C)を含み、かつ、塩素 (Cl)をも含む気体状化合物とは、モノ・クロル・エタン (CCl, H, )、ディ・クロル・エタン (CCl, H, )、トリ・クロル・エタン (CCl, H, )、四塩化炭素 (CCl, )等をさす。前記水素化硅素とはシラン (SiH, )、ジシラン (Si, H, ) 等をさす。

前記過程は1秒~10秒を要する。また、前記過程がなされる装置において、リークがなく、この様な反応の雰囲気において、不純物は厳しく排除する必要がある。さもなくば、膜質が極度に悪くなる。

### 作用

前記過程がなされる反応室において、前記基板表面で各気体分子の吸着と、それにひき続いて吸着された分子の反応が起こればよく、すなわち、急激な反応を避けた方が望ましい。従って、前記基板の温度は所定の温度以下でよく、この所定の温度は使用する原料気体によって異なるが、ほぼ

500セ~ 300セである.

従来の化学蒸着(CVD) 法の場合に比べて、 基板の温度が十分低い。従って、基板の耐熱性を それほど要求しない。すなわち、基板の選択の幅 がそれだけ広がる。また、基板の温度が低いだけ 生産性は向上する。前述の様に反応の温度を低さ し得るだけ、基板支持用サセプター等からので を小さくし得る、すなわち、形成された膜への に表している。このことは、形成された膜の れた膜の再現性の向上にも寄与する。

本発明による炭化硅業 (SiC) 膜の形成法においては、原子の層を一層毎に形成するものであり、従って、膜のストイキオメトリーはおのずから保証される。

#### 实施例

以下に本発明の炭化硅素膜の製造について具体的な一実施例を述べる。まず、本一実施例において使用した装置を説明する。図面は使用した装置の構成断面図である。図において、1は反応室の外囲、2は基板、3は基板支持用サセプター、4

はヒーター、5は気体の排出用パイプ、6はメカニカル・プースター・ポンプ、7は水素(Hェ)で希釈された硅素(Si)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、8は水素(Hェ)で希釈された炭素(C)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、9はパイプ7に属する電磁弁、10はパイプ8に属する電磁弁である。

. . .

#### (実施例1)

10%に水素 (Hェ) で希釈されたディ・クロル・シラン (SiCl: H:) からなる気体を図においてパイプ 7 から、30%に水素 (H:) で希釈されたプロパン・ガスをパイプ 8 から供給出来るよう琴える。

基板 2 として溶融石英板を使用した。この溶融石英板をかるく化学腐食し、よく水洗し、乾燥させ、そのあと、反応室 1 のなかの蒸板支持用サセプター 3 の上に設置する。

電磁弁 9 と10を閉の状態とし、メカニカル・ブースター・ポンプ 6 を作動させて反応室 1 の内部を10<sup>--\*</sup>torr程度に十分真空にする。この状態でヒ

ーター↓を使って基板 2 の温度を 550 ℃に昇温し、 そのまま保つ。

つぎに、電磁弁9のみを1秒、開の状態とし、その後、電磁弁9、10とも 0.5秒、閉の状態とし、続いて電磁弁10のみを1秒、開の状態とし、その後、電磁弁9、10とも 0.5秒、閉の状態とする。この操作を1000回繰り返した。

形成された膜は透明で、X線回折実験の結果、 炭化硅素(SiC)の多結晶質のものであること が抑った。

念のため、前述の条件で、ただし電磁弁9.10とも間の状態にして40分保つという実験を別におこなった。結果、膜の沈積は起こらなかった。 (実施例2)

実施例1と同様の実験を行った。ただし、実施例1のディ・クロル・シラン(SiClェHェ)の代わりに 0.5%のディ・ボラン(BェH。)を含有するシラン(SiH。)を、プロパン(C;H。)の代わりに四塩化炭素(CCl。)を用いた。

形成された膜は透明で、X線回折実験の結果、 炭化硅素(SiC)の多結晶質のものであること が判った。熱起電力測定の結果、弱いながらp型 半選体の振舞いを示した。

#### (実施例3)

実施例1と同様の実験を行った。ただし、実施例1のディ・クロル・シラン(SiCl。H。)の代わりに 1.5%のアンモニア(NH。)を含有するシラン(SiH。)を、プロパン(C。H。)の代わりに四塩化炭素(CCl。)を用いた。

形成された膜は透明で、X線回折実験の結果、 炭化硅素 (SiC) の多結晶質のものであること が判った。熱起電力測定の結果、非常に弱いなが らn型半導体の振舞いを示した。

## 発明の効果

高温用トランジスターやグイオード素子用材料として、あるいは耐磨耗性材料として、あるいは 高ヤング率材料として期待されている炭化硅素 (SiC) 膜に関してであり、産業上の価値は大なるものがある。

## 4. 図面の簡単な説明

図は反応装置の構成断面図である。

1 ……反応室の外囲、2 …… 基板、3 …… 基板 支持用サセプター、4 …… ヒーター、5 …… 気体 の排出用パイプ、6 …… メカニカル・プースター ・ボンプ、7 …… 水素(Hェ)で看釈された硅素 (Si)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、8 …水素(Hェ)で希釈された炭素(C) を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、9 ……パイプ 7 に属する電磁弁、10 ……パイプ 8 に 属する電磁弁。

- 代理人の氏名 弁理士 中尾敏男 ほか1名

- 1 一 反正室の外围
- 2 基板

- 3 --- 基板支持用ウェブター
- 4 --- ٢-9-
- 5 気体が非出用/ペア
- 6 メカニカンレブ・スター ホンフ・
- 7 -- 水系(Hz)で希釈された硅素(Si)を 合も気体状化合物を供給ですめの )\*イフ\*
- 8 水素(Hz)で希釈された炭素(C)を 含む気体状化合物を供給ななかの スペイプ
- 9 -- パイプクに馬が電磁井
- 10 ノヤノア8に高する電磁針

